

日本国特許庁
JAPAN PATENT OFFICE

jc828 U.S. PTO
10/03/215
10/19/01


別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office

出願年月日
Date of Application:

1999年 4月26日

出願番号
Application Number:

平成11年特許願第118754号

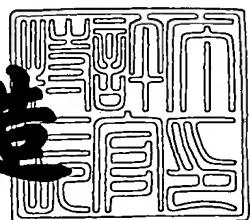
出願人
Applicant(s):

日石三菱株式会社

2001年 9月 4日

特許庁長官
Commissioner,
Japan Patent Office

及川耕造



出証番号 出証特2001-3081816

【書類名】 特許願

【整理番号】 NOC10-152

【提出日】 平成11年 4月26日

【あて先】 特許庁長官殿

【国際特許分類】 G02B 5/30

【発明の名称】 コレステリック液晶性フィルム

【請求項の数】 1

【発明者】

【住所又は居所】 神奈川県横浜市中区千鳥町8番地 日石三菱株式会社
中央技術研究所内

【氏名】 西村 涼

【特許出願人】

【識別番号】 000004444

【住所又は居所】 東京都港区西新橋一丁目3番12号

【氏名又は名称】 日石三菱株式会社

【代表者】 大澤 秀次郎

【代理人】

【識別番号】 100103285

【弁理士】

【氏名又は名称】 森田 順之

【電話番号】 03-3502-9174

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 073406

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9723863

【プルーフの要否】 要

【書類名】 明細書

【発明の名称】 コレステリック液晶性フィルム

【特許請求の範囲】

【請求項1】 GPC(ポリスチレン換算)で測定した重量平均分子量Mwが1000~10万、分子量分布(Mw/Mn; Mnは数平均分子量)が5以下、対数粘度が0.05~2.0(フェノール/テトラクロロエタン(重量比60/40)混合溶媒において濃度0.5g/dl(温度30°C))、ガラス転移温度(Tg)が200°C以下、かつ液晶相から等方相への転移温度(Ti)が40°C以上である高分子液晶を必須成分とするフィルム材料から形成されたフィルムであって、フィルムの一部に回折能を示す領域が形成されたコレステリック液晶性フィルム。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は、偏光性を有する回折光を生じることができる新たなコレステリック液晶性フィルムに関する。

【0002】

【従来の技術】

回折素子は、分光光学などの分野で光の分光や光束の分割を行う目的で広く用いられている汎用光学素子である。回折素子は、その形状からいくつかの種類に分類され、光が透過する部分と透過しない部分を周期的に配置した振幅型回折素子、透過性の高い材料に周期的な溝を形成した位相型回折素子などに通常分類される。また、回折光の生じる方向に応じて透過型回折素子、反射型回折素子と分類される場合もある。

【0003】

上記の如き従来の回折素子では、自然光(非偏光)を入射した際に得られる回折光は非偏光しか得ることができない。分光光学などの分野で頻繁に用いられるエリプソメーターのような偏光光学機器では、回折光として非偏光しか得ることができないため、光源より発した自然光を回折素子により分光し、さらにこれに

含まれる特定の偏光成分だけを利用するため、回折光を偏光子を通して用いる方法が一般的に行われている。この方法では、得られた回折光のうちの約50%以上が偏光子に吸収されるために光量が半減するという問題があった。またそのために感度の高い検出器や光量の大きな光源を用意する必要もあり、回折光自体が円偏光や直線偏光のような特定の偏光となる回折素子の開発が求められていた。

【0004】

【発明が解決しようとする課題】

本発明は、上記課題を解決するものであり、特定の諸物性を有する高分子液晶をフィルム材料とすることにより、フィルムの少なくとも一部の領域に回折能を有する領域を形成することに成功し、これまでにない新たなコレステリック液晶性フィルムを開発した。さらに詳しくは、コレステリック液晶に特有な選択反射特性および円偏光特性に併せて回折能という新たな特性を付与したコレステリック液晶性フィルムを発明するに至った。

【0005】

【課題を解決するための手段】

すなわち本発明は、GPC（ポリスチレン換算）で測定した重量平均分子量M_wが1000～10万、分子量分布（M_w/M_n；M_nは数平均分子量）が5以下、対数粘度が0.05～2.0（フェノール/テトラクロロエタン（重量比60/40）混合溶媒において濃度0.5g/dl（温度30°C））、ガラス転移温度（T_g）が200°C以下、かつ液晶相から等方相への転移温度（T_i）が40°C以上である高分子液晶を必須成分とするフィルム材料から形成されたフィルムであって、フィルムの一部に回折能を示す領域が形成されたコレステリック液晶性フィルムに関する。

【0006】

【発明の実施の形態】

以下、本発明について詳細に説明する。

本発明のコレステリック液晶性フィルムは、GPC（ポリスチレン換算）で測定した重量平均分子量M_wが1000～10万、分子量分布（M_w/M_n；M_n

は数平均分子量) が 5 以下、対数粘度が 0.05 ~ 2.0 (フェノール/テトラクロロエタン (重量比 60/40) 混合溶媒において濃度 0.5 g/dl (温度 30°C)) 、ガラス転移温度 (T_g) が 200°C 以下、かつ液晶相から等方相への転移温度 (T_i) が 40°C 以上であるで高分子液晶を必須成分とするフィルム材料から形成されるものである。

【0007】

高分子液晶の GPC (ポリスチレン換算) で測定した重量平均分子量 (M_w) が、1000 未満では得られる液晶性フィルムの機械的強度が低く、各種後処理工程や実用性能面で望ましくない。また 10 万を越えると液晶の流動性が悪化し配向性に悪影響を及ぼす恐れがある。また分子量分布が 5 を越えると、コレステリック液晶性フィルム作製時の溶融性、溶液への溶解性が悪くなり、コレステリック相への均一配向も得られ難く実用上問題となる恐れがある。また対数粘度が 0.05 未満ではコレステリック液晶性フィルムの機械的強度が低くなる恐れがあり、各種後工程や実用性能面で望ましくない。また 2.0 を越えると液晶の流動性が悪化しコレステリック相への均一配向が得られ難くなる恐れがある。またガラス転移温度 (T_g) が、200°C より高い場合は液晶状態での流動性が悪く均一配向が得られ難くなる恐れがあり、さらに必要により配向時に使用される支持基板の選定が困難という問題も生じる可能性がある。さらに液晶相から等方相への転移温度 (T_i) が 40°C より低い場合は室温付近におけるコレステリック液晶性フィルムの配向安定性が悪化する恐れがあり望ましくない。

【0008】

本発明に用いられる高分子液晶は、上記各諸物性を満足する高分子液晶であれば何ら限定されるものではなく、主鎖型、側鎖型高分子液晶等いずれでも使用することができる。具体的にはポリエステル、ポリアミド、ポリカーボネート、ポリエスチレニミドなどの主鎖型液晶ポリマー、あるいはポリアクリレート、ポリメタクリレート、ポリマロネート、ポリシロキサンなどの側鎖型液晶ポリマーなどが挙げられる。なかでもコレステリック配向を形成する上で配向性が良く、合成も比較的容易である液晶性ポリエステルが望ましい。またポリマーの構成単位としては、例えば芳香族あるいは脂肪族ジオール単位、芳香族あるいは脂肪族ジ

カルボン酸単位、芳香族あるいは脂肪族ヒドロキシカルボン酸単位を好適な例として挙げられる。

【0009】

また最終的に得られるコレステリック液晶性フィルムの耐熱性等を向上させるために、フィルム材料中にコレステリック相の発現を妨げない範囲において、例えばビスアジド化合物やグリシジルメタクリレート等の架橋剤を添加することもでき、これら架橋剤を添加することによりコレステリック相を発現させた状態で架橋させることもできる。さらにフィルム材料中には、二色性色素、染料、顔料等の各種添加剤を本発明の効果を損なわない範囲において適宜添加することもできる。

【0010】

本発明のコレステリック液晶性フィルムは、上記の如き高分子液晶を必須成分とするフィルム材料から形成されたフィルムであり、そのフィルムの一部の領域に回折能を示す領域が形成されたものである。

回折能を示す領域の形成方法は、例えばフィルム材料を用いて均一なコレステリック配向フィルムを形成した後、所望の回折パターン有する型をコレステリック配向フィルムに転写する方法が挙げられる。

【0011】

回折パターンを転写される前のコレステリック配向フィルムは、例えば支持基板上または基板上に形成された配向膜上に上述したフィルム材料を塗布し、熱処理することによって得ることができる。

【0012】

コレステリック配向フィルムを得る際に用いられる支持基板としては、コレステリック配向阻害になるものでなければ特に限定されず、例えばガラス基板またはプラスチックフィルム、プラスチックシート等のプラスチック基板を例示することができる。ガラス基板としては例えばソーダガラス、シリカコートソーダガラス、ホウケイ酸ガラス基板等を用いることができる。またプラスチック基板としては、ポリメチルメタクリレート、ポリスチレン、ポリカーボネート、ポリエーテルスルfonyl、ポリフェニレンサルファイド、アモルファスポリオレфин

、トリアセチルセルロース、ポリエチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート基板等を用いることができる。これらの支持基板に必要に応じて一軸または二軸延伸操作を適宜加えることもできる。さらに上記基板に、親水化処理や疎水化処理や易剥離性処理などの表面処理を施すこともできる。また支持基板としては1種単独、または2種以上の基板を積層したものを支持基板として用いることもできる。

【0013】

配向膜としては、ラビング処理したポリイミドフィルムが好適に用いられるが、その他当該分野で公知の配向膜も適宜使用することができる。またポリイミド等を塗布することなく、直接ラビング処理によって配向能を付与して得られるプラスチック基板等もコレステリック配向フィルムを得る際に使用することができる。なお配向処理の方法は特に制限されるものではないが、液晶分子を配向処理界面と一様に平行に配向させるものであればよい。

次いで配向膜上にフィルム材料を塗布する手段としては、溶融塗布、溶液塗布が挙げられるが、プロセス上溶液塗布が望ましい。

【0014】

溶液塗布は、フィルム材料を所定の割合で溶媒に溶解し、所定濃度の溶液を調製する。溶媒としては、用いるフィルム材料の種類により異なるが、通常トルエン、キシレン、ブチルベンゼン、テトラヒドロナフタレン、デカヒドロナフタレン等の炭化水素系、エチレングリコールジメチルエーテル、ジエチレングリコールジメチルエーテル、プロピレングリコールジメチルエーテル、テトラヒドロフラン等のエーテル系、メチルエチルケトン、メチルイソブチルケトン、シクロヘキサン等のケトン系、酢酸エチル、酢酸ブチル、エチレングリコールモノメチルエーテルアセテート、プロピレングリコールモノメチルエーテルアセテート、乳酸エチル、 γ -ブチロラクトン等のエステル系、N-メチル-2-ピロリドン、ジメチルホルムアミド、ジメチルアセトアミド等のアミド系、ジクロロメタン、四塩化炭素、テトラクロロエタン、クロロベンゼン等のハロゲン化炭化水素系、ブチルアルコール、トリエチレングリコール、ジアセトンアルコール、ヘキシリエングリコール等のアルコール系等を用いることができる。これらの溶媒は必要

により2種以上を適宜混合して使用することもできる。また溶液の濃度は用いられる高分子液晶の分子量や溶解性、さらに最終的に目的とするフィルムの膜厚等により異なるため一概には言えないが、通常1～60重量%、好ましくは3～40重量%である。

【0015】

また溶液中には、塗布を容易にするために界面活性剤等を加えても良い。界面活性剤としては、例えばイミダゾリン、第四級アンモニウム塩、アルキルアミンオキサイド、ポリアミン誘導体等の陽イオン系界面活性剤、ポリオキシエチレン-ポリオキシプロピレン縮合物、第一級あるいは第二級アルコールエトキシレート、アルキルフェノールエトキシレート、ポリエチレングリコール及びそのエステル、ラウリル硫酸ナトリウム、ラウリル硫酸アンモニウム、ラウリル硫酸アミン類、アルキル置換芳香族スルホン酸塩、アルキルリン酸塩、脂肪族あるいは芳香族スルホン酸ホルマリン縮合物等の陰イオン系界面活性剤、ラウリルアミドプロピルベタイン、ラウリルアミノ酢酸ベタイン等の両性系界面活性剤、ポリエチレングリコール脂肪酸エステル類、ポリオキシエチレンアルキルアミン等の非イオン系界面活性剤、パーフルオロアルキルスルホン酸塩、パーフルオロアルキルカルボン酸塩、パーフルオロアルキルエチレンオキシド付加物、パーフルオロアルキルトリメチルアンモニウム塩、パーフルオロアルキル基・親水性基含有オリゴマー、パーフルオロアルキル・親油基含有オリゴマーパーフルオロアルキル基含有ウレタン等のフッ素系界面活性剤などが挙げられる。界面活性剤の添加量は、界面活性剤の種類や溶剤、あるいは塗布する支持基板にもよるが、通常、高分子液晶の重量に対する比率にして10ppm～10%、好ましくは50ppm～5%、さらに好ましくは0.01%～1%の範囲である。

【0016】

上記の如くして調製したフィルム材料溶液を配向膜上またはラビング処理などの配向処理を施した基板上に塗布する。

【0017】

塗布方法としては、例えばロールコート法、ダイコート法、バーコート法、グラビアロールコート法、スプレーコート法、ディップコート法、スピンドルコート法

等を採用することができる。

【0018】

塗布後溶媒を乾燥により除去し、コレステリック液晶相を呈する所定温度、所定時間熱処理してコレステリック配向を完成させる。次いで液晶状態において形成したコレステリック配向を、高分子液晶のガラス転移点以下の温度に急冷することによってコレステリック配向が固定化されたコレステリック配向フィルムを得ることができる。

コレステリック配向フィルムの厚さは、特に制限されるものではないが、量産性、製造プロセスの面から、通常 $0.3 \sim 20 \mu\text{m}$ 、好ましくは $0.5 \sim 10 \mu\text{m}$ 、さらに好ましくは $0.7 \sim 3 \mu\text{m}$ であることが望ましい。

【0019】

上記の如くして得られたコレステリック配向フィルムに回折素子基板の回折パターンを転写することにより、本発明のコレステリック液晶性フィルムを得ることができる。

回折パターンの転写に用いられる回折素子基板の材質としては、金属や樹脂のような材料であっても良く、あるいはフィルム表面に回折機能を付与したもの、あるいはフィルムに回折機能を有する薄膜を転写したもの等、およそ回折機能を有するものであれば如何なる材質であっても良い。なかでも取り扱いの容易さや量産性を考えた場合、回折機能を有するフィルムまたはフィルム積層体がより望ましい。

【0020】

またここでいう回折素子とは、平面型ホログラムの原版等の回折光を生じる回折素子全てをその定義として含む。またその種類については、表面形状に由来する回折素子、いわゆる膜厚変調ホログラムのタイプであってもよいし、表面形状に因らない、または表面形状を屈折率分布に変換した位相素子、いわゆる屈折率変調ホログラムのタイプであっても良い。本発明においては、回折素子の回折パターン情報をより容易に液晶に付与することができる点から、膜厚変調ホログラムのタイプがより好適に用いられる。また屈折率変調のタイプであっても、表面形状に回折を生じる起伏を有したものであれば本発明に好適に用いることができ

る。

【0021】

また回折パターンの転写方法としては、例えば一般に用いられるヒートローラー、ラミネーター、ホットスタンプ、電熱板、サーマルヘッド等を用い、加圧・加温条件下にて行うことができる。加圧・加温条件は、用いられる高分子液晶や低分子液晶等の諸物性、回折素子基板の種類等によって異なり一概には言えないが、通常、圧力0.01～100MPa、好ましくは0.05～80MPa、温度30～400℃、好ましくは40～300℃の範囲において用いられる液晶や基板等の種類によって適宜選択される。

【0022】

本発明のコレステリック液晶性フィルムは、コレステリック配向フィルムに回折パターンを転写することにより、フィルムの一部に回折能を示す領域を形成することができる。ここで回折能を示す領域とは、その領域を透過した光またはその領域で反射された光が、幾何学的には影になる部分に回り込むような効果を生じる領域を意味する。また回折能を有する領域の有無は、例えばレーザー光等を前記領域に入射し、直線的に透過または反射する光（0次光）以外に、ある角度をもって出射する光（高次光）の有無により確認することができる。また別法としては、原子間力顕微鏡や透過型電子顕微鏡などで液晶層の表面形状や断面形状を観察することにより回折能を示す領域が形成されているか否か確認することができる。また回折能を示す領域は、フィルム表面および／またはフィルム内部のいずれの領域であってもよく、例えばフィルム表面の一部（フィルム表面領域）、フィルム内部の一部（フィルム内部領域）に形成することができる。また当該領域は、コレステリック液晶性フィルムの複数領域、例えばフィルム表裏面領域、複数のフィルム内部領域にそれぞれに形成することもできる。なお本発明で言うフィルム表面とは、コレステリック液晶性フィルム単体において外部に接する部分を、またフィルム内部とは、外部に接する以外の部分をそれぞれ意味する。

【0023】

また本発明のコレステリック液晶性フィルムの一部に形成された回折能を示す領域は、例えばフィルム表面や内部に均一な厚さを持った層状態として形成され

ていることは必ずしも必要とせず、フィルム表面やフィルム内部の少なくとも一部に回折能を示す領域が形成されればよい。例えば回折能を示す領域が、所望の図形、絵文字、数字等の型を象るように有したものであってもよい。さらに回折能を示す領域を複数有する場合、全ての前記領域が同じ回折能を示す必要性はなく、それぞれの領域において異なった回折能を示すものであってもよい。

【0024】

また回折能を示す領域が層状態として形成されている場合、回折能を示す層（領域）の厚みとしては、コレステリック液晶性フィルムの膜厚に対して通常50%以下、好ましくは30%以下、さらに好ましくは10%以下の厚みを有する層状態で形成されていることが望ましい。回折能を示す層（領域）の厚さが50%を超えると、コレステリック液晶相に起因する選択反射特性、円偏光特性等の効果が低下し、本発明の効果を得ることができない恐れがある。

【0025】

さらにコレステリック液晶性フィルムにおける回折能を示す領域の配向状態は、螺旋軸方位が膜厚方向に一様に平行ではないコレステリック配向、好ましくは螺旋軸方位が膜厚方向に一様に平行でなく、かつ螺旋ピッチが膜厚方向に一様に等間隔ではないコレステリック配向を形成していることが望ましい。またそれ以外の領域においては、通常のコレステリック配向と同様の配向状態、すなわち螺旋軸方位が膜厚方向に一様に平行で、かつ螺旋ピッチが膜厚方向に一様に等間隔な螺旋構造を形成していることが望ましい。

【0026】

本発明のコレステリック液晶性フィルムにおいて、回折能を示す領域が一方のフィルム表面領域に有する際、そのフィルムの表裏、すなわち回折能を示す領域を有するフィルム面とその面とは反対のフィルム面とは多少異なった光学効果、呈色効果等を示すものである。したがって用途や目的とする機能等に応じ、本発明のコレステリック液晶性フィルムのフィルム面の配置位置等を選択することが望ましい。

【0027】

かくして得られた本発明のコレステリック液晶性フィルムは、必要によってコ

レステリック配向フィルム形成の際に用いた支持基板から他の基板へ転写してもよい。転写方法としては、例えばコレステリック液晶性フィルムに接着剤等を塗布し、他の基板をラミネートした後に接着剤を硬化し、コレステリック液晶性フィルムから支持基板を剥離する方法等が挙げられる。この転写方法を適宜採用することにより、各種用途に適した形態、例えば種々の支持基板、接着剤層、コレステリック液晶性フィルムの順に積層された光学積層体等を得ることができる。また用途によって、コレステリック液晶性フィルムの回折パターンが転写されたフィルム面または反対のフィルム面を接着剤層を介して支持基板に積層する等適宜選択することができる。

【0028】

転写に用いられる支持基板としては、シート状物、フィルム状物、板状物等の形状を有するものであれば特に限定されるものではなく、例えばポリイミド、ポリアミドイミド、ポリアミド、ポリエーテルイミド、ポリエーテルエーテルケトン、ポリエーテルケトン、ポリケトンサルファイド、ポリエーテルスルfonyl、ポリスルfonyl、ポリフェニレンサルファイド、ポリフェニレンオキサイド、ポリ塩化ビニル、ポリスチレン、ポリプロピレン、ポリメチルメタクリレート、ポリエレンテレフタレート、ポリブチレンテレフタレート、ポリエチレンナフタレート、ポリカーボネート、ポリビニルアルコール、ポリアセタール、ポリアリレート、セルロース系プラスチックス、エポキシ樹脂、フェノール樹脂等のシート、フィルムあるいは基板、または紙、合成紙等の紙類、金属箔、ガラス板等から適宜選択して用いることができる。また支持基板としては、その表面に凹凸が施されているものであってもよい。

【0029】

また転写の際に用いられる接着剤としては、特に限定されるものではなく、従来公知の様々な粘・接着剤、ホットメルト型接着剤、熱、光または電子線硬化型の反応性接着剤等を適宜用いることができる。中でも光または電子線硬化型の反応性接着剤が好ましく用いられる。

【0030】

反応性接着剤としては、光または電子線重合性を有するプレポリマーおよび/

またはモノマーに必要に応じて他の単官能、多官能性モノマー、各種ポリマー、安定剤、光重合開始剤、増感剤等を配合したものを用いることができる。

【0031】

光または電子線重合性を有するプレポリマーとしては、具体的にはポリエスチルアクリレート、ポリエステルメタクリレート、ポリウレタンアクリレート、ポリウレタンメタクリレート、エポキシアクリレート、エポキシメタクリレート、ポリオールアクリレート、ポリオールメタクリレート等を例示することができる。また光または電子線重合性を有するモノマーとしては、単官能アクリレート、単官能メタクリレート、2官能アクリレート、2官能メタクリレート、3官能以上の多官能アクリレート、多官能メタクリレート等が例示できる。またこれらは市販品を用いることもでき、例えばアロニックス（アクリル系特殊モノマー、オリゴマー；東亞合成（株）製）、ライトエステル（共栄社化学（株）製）、ビスコート（大阪有機化学工業（株）製）等を用いることができる。

【0032】

また光重合開始剤としては、例えばベンゾフェノン誘導体類、アセトフェノン誘導体類、ベンゾイン誘導体類、チオキサントン類、ミヒラーケトン、ベンジル誘導体類、トリアジン誘導体類、アシルホスフィンオキシド類、アゾ化合物等を用いることができる。

【0033】

光または電子線硬化型の反応性接着剤の粘度は、接着剤の加工温度等により適宜選択するものであり一概にはいえないが、通常25°Cで10~2000mPa·s、好ましくは50~1000mPa·s、さらに好ましくは100~500mPa·sである。粘度が10mPa·sより低い場合、所望の厚さが得られ難くなる。また2000mPa·sより高い場合には、作業性が低下する恐れがあり望ましくない。粘度が上記範囲から外れている場合には、適宜、溶剤やモノマー割合を調整し所望の粘度にすることが好ましい。

【0034】

また光硬化型の反応性接着剤を用いた場合、その接着剤の硬化方法としては公知の硬化手段、例えば低圧水銀灯、高圧水銀灯、超高压水銀灯、メタルハライド

ランプ、キセノンランプ等を使用することができる。また露光量は、用いる反応性接着剤の種類により異なるため一概にはいえないが、通常 $50 \sim 2000 \text{ mJ/cm}^2$ 、好ましくは $100 \sim 1000 \text{ mJ/cm}^2$ である。

【0035】

また電子線硬化型の反応性接着剤を用いた場合、その接着剤の硬化方法としては、電子線の透過力や硬化力により適宜選定されるものであり一概にはいえないが、通常、加速電圧が $50 \sim 1000 \text{ kV}$ 、好ましくは $100 \sim 500 \text{ kV}$ の条件で照射して硬化することができる。

【0036】

また接着剤としてホットメルト型接着剤を用いる場合、当該接着剤も特に制限はないが、ホットメルトの作業温度が $80 \sim 200^\circ\text{C}$ 、好ましくは $100 \sim 160^\circ\text{C}$ 程度のものが作業性等の観点から望ましく用いられる。具体的には、例えばエチレン・酢酸ビニル共重合体系樹脂、ポリエステル系樹脂、ポリウレタン系樹脂、ポリアミド系樹脂、熱可塑性ゴム系、ポリアクリル系樹脂、ポリビニルアルコール系樹脂、ポリビニルブチラール等のポリビニルアセタール系樹脂、石油系樹脂、テルペン系樹脂、ロジン系樹脂等をベース樹脂として製造されているものが挙げられる。

【0037】

さらに接着剤として粘着剤を用いる場合も特に制限されるものではなく、例えばゴム系、アクリル系、シリコーン系、ポリビニルエーテル系粘着剤などを用いることができる。

接着剤の厚さは、用いられる用途やその作業性等により異なるため一概にはいえないが、通常 $0.5 \sim 50 \mu\text{m}$ 、好ましくは $1 \sim 10 \mu\text{m}$ である。

【0038】

また接着剤の形成方法としては、特に限定されるものではないが、例えばロールコート法、ダイコート法、バーコート法、カーテンコート法、エクストルージョンコート法、グラビアロールコート法、スプレーコート法、スピンドルコート法等の公知の方法を用いて支持基板上等に形成することができる。

【0039】

また本発明のコレステリック液晶性フィルムには、耐摩耗性、耐光性を向上させるためにフィルム表面に保護層を設けることができる。保護層としては、1層のハードコート層を設けても良いし、接着層を介して各種ポリマーフィルムやハードコート層を設けるといった2層以上からなる積層物を保護層としても良い。ハードコート層としては、先に説明した反応性接着剤の硬化物やグラビアインキ用ビヒクル樹脂等が好ましく使用することができる。

【0040】

保護層として用いられるグラビアインキ用ビヒクル樹脂としては、例えばニトロセルロース、エチルセルロース、ポリアミド樹脂、塩化ビニル・酢酸ビニル共重合体、ポリビニルブチラール、塩化ゴム、環化ゴム、塩素化ポリオレフィン、アクリル樹脂、ポリウレタン、ポリエステル等が挙げられる。また前記樹脂中に接着性向上や皮膜強度向上のためにエステルガム、ダンマルガム、マレイン酸樹脂、アルキッド樹脂、フェノール樹脂、ケトン樹脂、キシレン樹脂、テルペン樹脂、石油樹脂等のハードレジンを加えてよい。

【0041】

また保護層として用いられるポリマーフィルムとしては、例えばポリエチレン、ポリプロピレン、ポリ(4-メチル-1-ペンテン-1)、ポリスチレン、アイオノマー、ポリ塩化ビニル、ポリメチルメタクリレート、ポリエチレンテレフタレート、ポリアミド、ポリスルファン、シロキサン系樹脂、エポキシ系樹脂、セルロース系樹脂等のフィルムが挙げられる。

【0042】

また保護層を形成する接着剤としては特に限定されるものではないが、先に説明した反応性接着剤硬化物などを使用することができる。

なお必要に応じ、保護層を構成するハードコート層、接着剤層、ポリマーフィルムに例えれば紫外線吸収剤、染料、顔料、界面活性剤、微細なシリカ、ジルコニア、アルミナ等、各種添加剤、充填剤等を適宜含有することもできる。

【0043】

以上、本発明のコレステリック液晶性フィルムは、回折光が円偏光性を有するという、従来の光学部材には無い特異な効果を有する。この効果により、例えば

エリプソメーターのような偏光を必要とする分光光学機器に用いることにより、光の利用効率を極めて高くすることが可能となる。従来の偏光を必要とする分光光学機器では、光源より発した光を回折格子やプリズム等の分光素子を用いて波長ごとに分光した後に偏光子を透過させる、または偏光子を透過させた後に分光する必要があり偏光子が必須であった。この偏光子は、入射した光の約50%を吸収してしまい、また界面での反射が生じるために光の利用効率が極めて悪いといった問題があったが、本発明のコレステリック液晶性フィルムを用いることにより光の利用効率を極めて高く、理論的には約100%利用することが可能となる。また本発明のコレステリック液晶性フィルムは、通常の偏光板を用いることによって容易に回折光の透過および遮断をコントロールすることが可能である。通常、偏光性を有していない回折光では、どのような偏光板と組み合わせても完全に遮断することはできない。すなわち本発明のコレステリック液晶性フィルムでは、例えば右偏光性を有する回折光は、左円偏光板を用いた時にのみ完全に遮断することができ、それ以外の偏光板を用いても完全な遮断を実現することができないものである。このような効果を有することから、例えば観察者が偏光板越しに回折像を観察する環境において、偏光板の状態を変化させることによって、回折像を暗視野から突然浮かび上がらせたり、また突然消失させたりすることが可能となる。

【0044】

上記のように本発明のコレステリック液晶性フィルムは、新たな回折機能素子として応用範囲は極めて広く、種々の光学用素子や光エレクトロニクス素子、装飾用部材、偽造防止用素子等として使用することができる。

【0045】

具体的に光学用素子や光エレクトロニクス素子としては、例えば本発明のコレステリック液晶性フィルム単体、または支持基板として透明かつ等方なフィルム、例えばフジタック（富士写真フィルム（株）製）、コニカタック（コニカ（株）製）などのトリアセチルセルロースフィルム、TPXフィルム（三井化学（株）製）、アートンフィルム（日本合成ゴム（株）製）、ゼオネックスフィルム（日本ゼオン（株）製）、アクリプレンフィルム（三菱レーヨン（株）製）等にコ

レステリック液晶性フィルムを積層した光学積層体をTN (twisted nematic) - LCD (Liquid Crystal Display)、STN (Super Twisted Nematic) - LCD、ECB (Electrically Controlled Birefringence) - LCD、OMI (Optical Mode Interference) - LCD、OCB (Optically Compensated Birefringence) - LCD、HAN (Hybrid Aligned Nematic) - LCD、IPS (In Plane Switching) - LCD等の液晶ディスプレーに備えることによって色補償および／または視野角改良された各種LCDを得ることができる。またコレステリック液晶性フィルムまたは該フィルムを有する光学積層体を、上記したように分光された偏光を必要とする分光光学機器、回折現象により特定の波長を得る偏光光学素子、光学フィルター、円偏光板、光拡散板等として用いることも可能であり、さらに1/4波長板と組み合わせることによって直線偏光板を得ることもできる等、光学用素子や光エレクトロニクス素子として従来にない光学効果を発現しうる様々な光学部材を提供することができる。

【0046】

装飾用部材としては、回折能による虹色呈色効果とコレステリック液晶による色鮮やかな呈色効果等を併せ持った新たな意匠性フィルムをはじめ様々な意匠性成形材料を得ることができる。また薄膜化できることから既存製品等に添付する、一体化する等の方法によって、他の類似製品との差別化にも大きく貢献することが期待できる。例えば、意匠性のある回折パターンを組み込んだ本発明のコレステリック液晶性フィルムをガラス窓等に張り付けると、外部からはその視角によって前記回折パターンを伴ったコレステリック液晶特有の選択反射が異なった色に見え、ファッショナブル性に優れるものとなる。また明るい外部からは内部が見え難く、それにもかかわらず内部からは外部の視認性がよい窓とすることができます。

【0047】

偽造防止用素子としては、回折素子およびコレステリック液晶のそれぞれの偽

造防止効果を併せ持った新たな偽造防止フィルム、シール、ラベル等として用いることができる。具体的には本発明のコレステリック液晶性フィルムを、例えば自動車運転免許証、身分証明証、パスポート、クレジットカード、プリペイドカード、各種金券、ギフトカード、有価証券等のカード基板、台紙等と一体化するまたは一部に設ける、具体的には貼り付ける、埋め込む、紙類に織り込むことができる。また本発明のコレステリック液晶性フィルムは、回折能を示す領域がコレステリック液晶層の一部に有し、またコレステリック液晶の波長選択反射性、円偏光選択反射性、色の視角依存性、コレステリックカラーの美しい色を呈する効果を併せ持つものである。したがって本発明のコレステリック液晶性フィルムのように、回折能を一部に有したコレステリック液晶性フィルムの偽造は極めて困難であるといえる。また偽造防止効果とあわせて、回折素子の虹色呈色効果、コレステリック液晶の色鮮やかな呈色効果を有することから意匠性にも優れたものである。これらのことから本発明のコレステリック液晶性フィルムは偽造防止用素子として非常に有用である。

【0048】

これらの用途はほんの一例であり、本発明のコレステリック液晶性フィルムは、従来、回折素子単体、コレステリック液晶性フィルム単体が使用されている各種用途や、新たな光学的効果を発現することが可能であること等から前記用途以外の様々な用途にも応用展開が可能である。

【0049】

【実施例】

以下に実施例について述べるが、本発明はこれらに限定されるものではない。

本発明で使用した各種測定法を記す。

(G P C 測定法)

東ソー製G P C (C P 8 0 0 0、C O 8 0 0 0、U V 8 0 0 0) に、T S K G 3 0 0 0 H X L、G 2 0 0 0 H X L、G 1 0 0 0 H X Lの構成のカラムを接続し、25°Cでテトラヒドロフラン(T H F) 溶媒、流量0.7 m l / 分で測定を行った。同条件で標準ポリスチレンを用いて検量線を別途作成し、ポリスチレン換算の重量平均分子量M w、数平均分子量M n および分子量分布M w / M n を求

めた。

(ガラス転移温度 (T_g) の測定)

DuPont 製 DSC 990 にて測定した。

(液晶相から等方相への転移温度 (T_i) の測定)

ホットステージを設置したオリンパス(株)製偏光顕微鏡 BX50 にて測定を行った。

【0050】

(実施例1)

M_w が 3000、 M_w/M_n 2.0、対数粘度が 0.124、 T_g が 80°C、 T_i が 230°C の液晶性ポリエステル (R 体光学活性化合物を含有) をラビング処理したポリフェニレンスルフィドフィルム上にスピンドル法で製膜した。

【0051】

次いで 180°C 5 分間熱処理したところ、金色の鏡面反射を呈するフィルムが得られた。

得られたフィルムを日本分光(株)製紫外可視近赤外分光光度計 V-570 にて透過スペクトルを測定したところ、中心波長が約 600 nm、選択反射波長帯域幅が約 100 nm の選択反射を示すコレステリック配向が固定化されたコレステリック配向フィルムが得られていることが確認された。

【0052】

次いでエドモンド・サイエンティフィック・ジャパン社製刻線式回折格子フィルム (900 本/mm) の回折面とコレステリック配向フィルムの液晶面が向き合うように重ね、東京ラミネックス社製ラミネーター DX-350 を用い、120°C、0.3 MPa、ロール接触時間 0.5 秒の条件で加熱加圧を行った。室温まで冷却後、回折格子フィルムを取り除いた。

【0053】

回折格子フィルムが重ねられていたコレステリック配向フィルム面を観察したところ、回折パターンに起因する虹色とコレステリック液晶に特有の選択反射とが明瞭に認められた。また回折格子フィルムを取り除いたコレステリック配向フィルム面の配向状態を偏光顕微鏡観察および液晶層断面の透過型電子顕微鏡観察

をしたところ、コレステリック相における螺旋軸方位が膜厚方向に一様に平行ではなく、かつ螺旋ピッチが膜厚方向に一様に等間隔ではないコレステリック配向が液晶層の表面領域に形成されていることが確認された。またそれ以外の領域においては、螺旋軸方位が膜厚方向に一様に平行で、かつ螺旋ピッチが膜厚方向に一様に等間隔なコレステリック配向が形成していることが確認された。またコレステリック配向フィルム面内に垂直に He-Ne レーザー（波長 632.8 nm）を入射したところ、0° および約 ±35° の出射角にレーザー光が観察された。さらに偏光特性を確認するために、通常の室内照明下に得られた積層体をおき、右円偏光板（右円偏光のみ透過）を介して観察したところ、虹色の反射回折光が観察され、偏光板なしで観察した場合の明るさとほぼ同じであった。これに対し左円偏光板（左円偏光のみ透過）を介して観察したところ、暗視野となり、虹色の反射回折光は観察されなかった。

【0054】

これらのことよりコレステリック配向フィルムには、回折能を示す領域がフィルム表面領域に形成され、またその回折光が右円偏光であることが確認された。またこのことより、コレステリック配向フィルムに回折格子フィルムの回折パターンを転写することによって本発明のコレステリック液晶性フィルムを得られたことが判明した。

【0055】

(実施例 2)

M_w が 7000、 M_w/M_n 2.0、対数粘度が 0.144、 T_g が 85°C、 T_i が 230°C の液晶性ポリエステル（R 体光学活性化合物を含有）をラビング処理したポリフェニレンスルフイド上にスピンドルコート法で製膜した。

次いで 200°C 5 分間熱処理したところ、金色の鏡面反射を呈するフィルムが得られた。

【0056】

同フィルムを日本分光（株）製紫外可視近赤外分光光度計 V-570 にて透過スペクトルを測定したところ、中心波長が約 600 nm、選択反射波長帯域幅が約 100 nm の選択反射を示すコレステリック配向が固定化されたフィルムが形

成されていることが確認された。

【0057】

エドモンド・サイエンティフィック・ジャパン社製刻線式回折格子フィルム（900本/mm）の回折面と前記で得られたコレステリック配向フィルムの液晶面が向き合うように重ね、東京ラミネックス社製ラミネーターDX-350を用い、120°C、0.3MPa、ロール接触時間0.5秒の条件で加熱加圧を行った。室温まで冷却後、刻線式回折格子フィルムを取り除いた。

【0058】

回折格子フィルムが重ねられていたコレステリック配向フィルム面を観察したところ、回折パターンに起因する虹色とコレステリック液晶に特有の選択反射とが明瞭に認められた。また回折格子フィルムを取り除いたコレステリック配向フィルム面の配向状態を偏光顕微鏡観察および液晶層断面の透過型電子顕微鏡観察をしたところ、コレステリック相における螺旋軸方位が膜厚方向に一様に平行ではなく、かつ螺旋ピッチが膜厚方向に一様に等間隔ではないコレステリック配向が液晶層の表面領域に形成されていることが確認された。またそれ以外の領域においては、螺旋軸方位が膜厚方向に一様に平行で、かつ螺旋ピッチが膜厚方向に一様に等間隔なコレステリック配向が形成していることが確認された。またコレステリック配向フィルム面内に垂直にHe-Neレーザー（波長632.8nm）を入射したところ、0°および約±35°の出射角にレーザー光が観察された。さらに偏光特性を確認するために、通常の室内照明下に得られた積層体をおき、右円偏光板（右円偏光のみ透過）を介して観察したところ、虹色の反射回折光が観察され、偏光板なしで観察した場合の明るさとほぼ同じであった。これに対し左円偏光板（左円偏光のみ透過）を介して観察したところ、暗視野となり、虹色の反射回折光は観察されなかった。

【0059】

これらのことよりコレステリック配向フィルムには、回折能を示す領域がフィルム表面領域に形成され、またその回折光が右円偏光であることが確認された。またこのことより、コレステリック配向フィルムに回折格子フィルムの回折パターンを転写することによって本発明のコレステリック液晶性フィルムを得られた

ことが判明した。

【0060】

(実施例3)

M_w が7000、 M_w/M_n 2.0、対数粘度が0.144、 T_g が85°C、 T_i が230°Cの液晶性ポリエステル（R体光学活性化合物を含有）をラビング処理したポリフェニレンスルフィド上にスピンドルコート法で製膜した。

次いで200°C5分間熱処理したところ、金色の鏡面反射を呈するフィルムが得られた。

【0061】

同フィルムを日本分光（株）製紫外可視近赤外分光光度計V-570にて透過スペクトルを測定したところ、中心波長が約600nm、選択反射波長帯域幅が約100nmの選択反射を示すコレステリック配向が固定化されたフィルムが形成されていることが確認された。

【0062】

エドモンド・サイエンティフィック・ジャパン社製刻線式回折格子フィルム（900本/mm）の回折面と前記で得られたコレステリック配向フィルムの液晶面が向き合うように重ね、東京ラミネックス社製ラミネーターDX-350を用い、120°C、0.3MPa、ロール接触時間0.5秒の条件で加熱加圧を行った。室温まで冷却後、刻線式回折格子フィルムを取り除いた。

【0063】

回折格子フィルムが重ねられていたコレステリック配向フィルム面を観察したところ、回折パターンに起因する虹色とコレステリック液晶に特有の選択反射とが明瞭に認められた。また回折格子フィルムを取り除いたコレステリック配向フィルム面の配向状態を偏光顕微鏡観察および液晶層断面の透過型電子顕微鏡観察をしたところ、コレステリック相における螺旋軸方位が膜厚方向に一様に平行ではなく、かつ螺旋ピッチが膜厚方向に一様に等間隔ではないコレステリック配向が液晶層の表面領域に形成されていることが確認された。またそれ以外の領域においては、螺旋軸方位が膜厚方向に一様に平行で、かつ螺旋ピッチが膜厚方向に一様に等間隔なコレステリック配向が形成していることが確認された。またコレ

ステリック配向フィルム面内に垂直に He-Ne レーザー（波長 632.8 nm）を入射したところ、0° および約 ±35° の出射角にレーザー光が観察された。さらに偏光特性を確認するために、通常の室内照明下に得られた積層体をおき、右円偏光板（右円偏光のみ透過）を介して観察したところ、虹色の反射回折光が観察され、偏光板なしで観察した場合の明るさとほぼ同じであった。これに対し左円偏光板（左円偏光のみ透過）を介して観察したところ、暗視野となり、虹色の反射回折光は観察されなかった。

【0064】

これらのことよりコレステリック配向フィルムには、回折能を示す領域がフィルム表面領域に形成され、またその回折光が右円偏光であることが確認された。またこのことより、コレステリック配向フィルムに回折格子フィルムの回折パターンを転写することによって本発明のコレステリック液晶性フィルムを得られたことが判明した。

【0065】

この得られたコレステリック液晶性フィルムのコレステリック液晶面にバーコーターを使用して市販の光硬化型アクリル系オリゴマーからなる接着剤を厚さ 5 μm となるように塗布した。次に塗布面にトリアセチルセルロースフィルム（支持基板）を卓上ラミネーターを用いて貼り合わせ、紫外線照射し、接着剤を硬化させた。接着剤を硬化させた後、配向基板として用いたポリフェニレンスルフィドフィルムの端部を手で持ち、180° 方向にポリフェニレンスルフィドフィルムをポリフェニレンスルフィドフィルムとコレステリック液晶層との界面で剥離させた。

【0066】

以上の工程により、コレステリック液晶性フィルムに回折パターンを転写された面が、接着剤層を介して支持基板であるトリアセチルセルロース側に向かい合う形で積層されたトリアセチルセルロース（支持基板）／接着剤層／コレステリック液晶性フィルムの積層体が得られた。

【0067】

（実施例 4）

M_w が20000、 M_w/M_n 2.2、対数粘度が0.344、 T_g が102°C、 T_i が250°Cの液晶性ポリエステル（R体光学活性化合物を含有）をラビング処理したポリフェニレンスルフィド上にスピンドルコート法で製膜した。

次いで220°C 5分間熱処理したところ、金色の鏡面反射を呈するフィルムが得られた。

【0068】

同フィルムを日本分光（株）製紫外可視近赤外分光光度計V-570にて透過スペクトルを測定したところ、中心波長が約600nm、選択反射波長帯域幅が約100nmの選択反射を示すコレステリック配向が固定化されたフィルムが形成されていることが確認された。

【0069】

エドモンド・サイエンティフィック・ジャパン社製刻線式回折格子フィルム（900本/mm）の回折面と前記で得られたコレステリック配向フィルムの液晶面が向き合うように重ね、東京ラミネックス社製ラミネーターDX-350を用い、150°C、3MPa、ロール接触時間0.5秒の条件で加熱加圧を行った。室温まで冷却後、刻線式回折格子フィルムを取り除いた。

【0070】

回折格子フィルムが重ねられていたコレステリック配向フィルム面を観察したところ、回折パターンに起因する虹色とコレステリック液晶に特有の選択反射とが明瞭に認められた。また回折格子フィルムを取り除いたコレステリック配向フィルム面の配向状態を偏光顕微鏡観察および液晶層断面の透過型電子顕微鏡観察をしたところ、コレステリック相における螺旋軸方位が膜厚方向に一様に平行ではなく、かつ螺旋ピッチが膜厚方向に一様に等間隔ではないコレステリック配向が液晶層の表面領域に形成されていることが確認された。またそれ以外の領域においては、螺旋軸方位が膜厚方向に一様に平行で、かつ螺旋ピッチが膜厚方向に一様に等間隔なコレステリック配向が形成していることが確認された。またコレステリック配向フィルム面内に垂直にHe-Neレーザー（波長632.8nm）を入射したところ、0°および約±35°の出射角にレーザー光が観察された。さらに偏光特性を確認するために、通常の室内照明下に得られた積層体をおき

、右円偏光板（右円偏光のみ透過）を介して観察したところ、虹色の反射回折光が観察され、偏光板なしで観察した場合の明るさとほぼ同じであった。これに対し左円偏光板（左円偏光のみ透過）を介して観察したところ、暗視野となり、虹色の反射回折光は観察されなかった。

【0071】

これらのことよりコレステリック配向フィルムには、回折能を示す領域がフィルム表面領域に形成され、またその回折光が右円偏光であることが確認された。またこのことより、コレステリック配向フィルムに回折格子フィルムの回折パターンを転写することによって本発明のコレステリック液晶性フィルムを得られたことが判明した。

【0072】

この得られたコレステリック液晶性フィルムのコレステリック液晶面にバーコーターを使用して紫外線吸収剤およびハードコート剤を配合した市販の光硬化型アクリル系オリゴマーからなる接着剤を厚さ $5\text{ }\mu\text{m}$ となるように塗布した。次に塗布面にポリエチレンテレフタレートフィルムを卓上ラミネーターを用いて貼り合わせ、紫外線照射し、接着剤を硬化させた。接着剤を硬化させた後、配向基板として用いたポリフェニレンスルフィドフィルムの端部を手で持ち、 180° 方向にポリフェニレンスルフィドフィルムをポリフェニレンスルフィドフィルムとコレステリック液晶層との界面で剥離させた。

【0073】

次いでポリフェニレンスルフィドフィルムを剥離したコレステリック液晶層に紫外線硬化型の接着剤を介してトリアセチルセルロースフィルムを卓上ラミネーターを用いて貼り合わせ、紫外線を照射し、接着剤を硬化させた後、ポリエチレンテレフタレートフィルムを紫外線吸収剤およびハードコート剤を配合した接着剤層との界面で剥離し、保護層（接着剤層（紫外線吸収剤およびハードコート剤含有））／コレステリック液晶性フィルム／接着剤層／トリアセチルセルロースフィルムからなる積層体を得た。

【0074】

（比較例1）

M_w が950、 M_w/M_n 2、対数粘度が0.06、 T_g が60°C、 T_i が220°Cの液晶性ポリエステル（R体光学活性化合物を含有）をラビング処理したポリフェニレンスルフィド上にスピンドルコート法で製膜した。

次いで180°C5分間熱処理したところ、金色の鏡面反射を呈するフィルムが得られた。

【0075】

同フィルムを日本分光（株）製紫外可視近赤外分光光度計V-570にて透過スペクトルを測定したところ、中心波長が約600nm、選択反射波長帯域幅が約100nmの選択反射を示すコレステリック配向が固定化されたフィルムが形成されていることが確認された。

【0076】

エドモンド・サイエンティフィック・ジャパン社製刻線式回折格子フィルム（900本/mm）の回折面と上記で得られたコレステリック配向フィルムの液晶面が向き合うように重ね、東京ラミネックス社製ラミネーターDX-350を用い、120°C、0.3MPa、ロール接触時間0.5秒の条件で加熱加圧を行った。次に室温まで冷却後、刻線式回折格子フィルムを取り除いた。

得られたフィルムは、フィルムの一部に割れが生じるとともに、コレステリック配向に乱れ配向ムラが発生していた。また回折パターンに起因する虹色も呈していないかった。

【0077】

（比較例2）

M_w （重量平均分子量）が約12万、 M_w/M_n が4.0、対数粘度が2.0、 T_g が150°C、 T_i が240°Cの液晶性ポリエステル（R体光学活性化合物を含有）をラビング処理したポリフェニレンスルフィド上にスピンドルコート法で製膜し、220°C20分間熱処理したところ、淡黄色系の弱い選択反射を呈するフィルムが得られた。

【0078】

同フィルムを日本分光（株）製紫外可視近赤外分光光度計V-570にて透過スペクトルを測定したところ、中心波長が約550～600nmで明確に特定で

きず、選択反射波長帯域がブロードの弱い選択反射を示した。オリンパス（株）製顕微鏡 BX50で観察したところ、液晶層に多数の配向欠陥が観察された。

【0079】

次いでエドモンド・サイエンティフィック・ジャパン社製刻線式回折格子フィルム（900本/mm）の回折面と上記で得られたフィルムの液晶面が向き合うように重ね、東京ラミネックス社製ラミネーターDX-350を用い、120℃、3MPa、ロール接触時間0.5秒の条件で加熱加圧を行った。次に室温まで冷却後、刻線式回折格子フィルムを取り除いた。

回折格子フィルムを取り除いた液晶面は、さらに多くの配向欠陥が発生し、また回折パターンに起因する虹色も全く呈していなかった。

【0080】

（比較例3）

M_w が95000、 M_w/M_n が6.0、対数粘度が1.5、 T_g が145℃、 T_i が240℃の液晶性ポリエステル（R体光学活性化合物を含有）をラビング処理したポリフェニレンスルフィド上にスピンドルコート法で製膜し、220℃20分間熱処理したところ、淡黄色系の弱い選択反射を呈するフィルムが得られた。

【0081】

同フィルムを日本分光（株）製紫外可視近赤外分光光度計V-570にて透過スペクトルを測定したところ、中心波長が約550～600nmで明確に特定できず、選択反射波長帯域がブロードの弱い選択反射を示した。オリンパス（株）製顕微鏡 BX50で観察したところ、液晶層に多数の配向欠陥が観察された。

【0082】

次いでエドモンド・サイエンティフィック・ジャパン社製刻線式回折格子フィルム（900本/mm）の回折面と上記で得られたフィルムの液晶面が向き合うように重ね、東京ラミネックス社製ラミネーターDX-350を用い、120℃、3MPa、ロール接触時間0.5秒の条件で加熱加圧を行った。次に室温まで冷却後、刻線式回折格子フィルムを取り除いた。

回折格子フィルムを取り除いた液晶面は、さらに多くの配向欠陥が発生し、また

回折パターンに起因する虹色も全く呈していなかった。

【0083】

(比較例4)

M_w が98000、 M_w/M_n が3.0、対数粘度が1.8、 T_g が205°C、 T_i が250°Cの液晶性ポリエステル（R体光学活性化合物を含有）をラビング処理したポリフェニレンスルフィド上にスピンドルコート法で製膜し、230°C 20分間熱処理したところ、淡黄色系の弱い選択反射を呈するフィルムが得られた。

【0084】

同フィルムを日本分光（株）製紫外可視近赤外分光光度計V-570にて透過スペクトルを測定したところ、中心波長が約550～600nmで明確に特定できず、選択反射波長帯域がブロードの弱い選択反射を示した。

オリンパス（株）製顕微鏡BX50で観察したところ、液晶層に多数の配向欠陥が観察された。

【0085】

次いでエドモンド・サイエンティフィック・ジャパン社製刻線式回折格子フィルム（900本/mm）の回折面と上記で得られたフィルムの液晶面が向き合うように重ね、東京ラミネックス社製ラミネーターDX-350を用い、120°C、3MPa、ロール接触時間0.5秒の条件で加熱加圧を行った。次に室温まで冷却後、刻線式回折格子フィルムを取り除いた。

回折格子フィルムを取り除いた液晶面は、さらに多くの配向欠陥が発生し、また回折パターンに起因する虹色も全く呈していなかった。

【0086】

(比較例5)

M_w （重量平均分子量）が1040、 M_w/M_n が2.1、対数粘度が0.06、 T_g が15°C、 T_i が36°Cの液晶性ポリエステル（R体光学活性化合物を含有）をラビング処理したポリフェニレンスルフィド上にスピンドルコート法で製膜し、30°C 5分間熱処理したところ、金色の鏡面反射を呈するフィルムが得られた。

【0087】

同フィルムを日本分光（株）製紫外可視近赤外分光光度計V-570にて透過スペクトルを測定したところ、中心波長が約600nm、選択反射波長帯域幅が約100nmの選択反射を示すコレステリック液晶層が形成されていることが確認された。

【0088】

エドモンド・サイエンティフィック・ジャパン社製刻線式回折素子フィルム（900本/mm）の回折面と上記で得られたコレステリック配向フィルムの液晶面が向き合うように重ね、東京ラミネックス社製ラミネーターDX-350を用い、40℃、0.3MPa、ロール接触時間0.5秒の条件で加熱加圧を行った。次に室温まで冷却後、刻線式回折素子フィルムを取り除いた。

【0089】

得られたフィルムは、コレステリック液晶相の一部が等方相に転移するとともに、コレステリック配向が乱れ、配向ムラが発生していた。また回折パターンに起因する虹色も呈していなかった。

【0090】

(比較例6)

M_w （重量平均分子量）が1030、 M_w/M_n が2.2、対数粘度が0.046、 T_g が20℃、 T_i が115℃の液晶性ポリエステル（R体光学活性化合物を含有）をラビング処理したポリフェニレンスルフィド上にスピンドルコート法で製膜し、100℃5分間熱処理したところ、金色の鏡面反射を呈するフィルムが得られた。

【0091】

同フィルムを日本分光（株）製紫外可視近赤外分光光度計V-570にて透過スペクトルを測定したところ、中心波長が約600nm、選択反射波長帯域幅が約100nmの選択反射を示すコレステリック配向が固定化されたフィルムが形成されていることが確認された。

【0092】

エドモンド・サイエンティフィック・ジャパン社製刻線式回折素子フィルム（

900本/mm)の回折面と上記で得られたコレステリック配向フィルムの液晶面が向き合うように重ね、東京ラミネックス社製ラミネーターDX-350を用い、50°C、0.3MPa、ロール接触時間0.5秒の条件で加熱加圧を行った。次に室温まで冷却後、刻線式回折素子フィルムを取り除いた。

【0093】

得られたフィルムは、フィルムの一部に割れが生じるとともに、コレステリック配向に乱れ配向ムラが発生していた。また回折パターンに起因する虹色も呈していなかった。

【0094】

(比較例7)

M_w が98900、 M_w/M_n が4.0、対数粘度が2.5、 T_g が148°C、 T_i が250°Cの液晶性ポリエステル(立体光学活性化合物を含有)をラビング処理したポリフェニレンスルフィド上にスピンドルコート法で製膜し、220°C 20分間熱処理したところ、淡黄色系の弱い選択反射を呈するフィルムが得られた。

同フィルムを日本分光(株)製紫外可視近赤外分光光度計V-570にて透過スペクトルを測定したところ、中心波長が約550~600nmで明確に特定できず、選択反射波長帯域がブロードの弱い選択反射を示した。オリンパス(株)製顕微鏡BX50で観察したところ、液晶層に多数の配向欠陥が観察され、均一なコレステリック配向は得られていなかった。

次いでエドモンド・サイエンティフィック・ジャパン社製刻線式回折格子フィルム(900本/mm)の回折面と上記で得られたフィルムの液晶面が向き合うように重ね、東京ラミネックス社製ラミネーターDX-350を用い、120°C、3MPa、ロール接触時間0.5秒の条件で加熱加圧を行った。次に室温まで冷却後、刻線式回折格子フィルムを取り除いた。

【0095】

回折格子フィルムを取り除いた液晶面は、さらに多くの配向欠陥が発生し、また回折パターンに起因する虹色も全く呈していなかった。

【0096】

【発明の効果】

本発明のコレステリック液晶性フィルムは、回折光が円偏光性を有するといった従来の光学素子にはない特異な光学特性を有するものであり、回折機能素子としてその応用範囲は極めて広く、例えば光学用素子、光エレクトロニクス素子、装飾用材料、偽造防止用素子等の光学部材として好適に用いることができる。

【書類名】要約書

【要約】

【課題】 回折光自体が円偏光や直線偏光のような特定の偏光を生じうる新たな液晶性フィルムを提供する。

【解決手段】 G P C (ポリスチレン換算) で測定した重量平均分子量 M_w が1000～10万、分子量分布 (M_w/M_n ; M_n は数平均分子量) が5以下、対数粘度が0.05～2.0 (フェノール/テトラクロロエタン (重量比60/40) 混合溶媒において濃度0.5 g/dl (温度30°C))、ガラス転移温度 (T_g) が200°C以下、かつ液晶相から等方相への転移温度 (T_i) が40°C以上である高分子液晶を必須成分とするフィルム材料から形成されたフィルムであって、フィルムの一部に回折能を示す領域が形成されたコレステリック液晶性フィルムである。

認定・付加情報

特許出願の番号 平成11年 特許願 第118754号
受付番号 59900402576
書類名 特許願
担当官 宮末 亨 8857
作成日 平成11年 5月10日

<認定情報・付加情報>

【特許出願人】

【識別番号】 000004444

【住所又は居所】 東京都港区西新橋1丁目3番12号

【氏名又は名称】 日石三菱株式会社

【代理人】

【識別番号】 100103285

【住所又は居所】 東京都港区西新橋一丁目3番12号 日石三菱株式会社 技術開発部

【氏名又は名称】 森田 順之

次頁無

特平11-118754

出願人履歴情報

識別番号 [000004444]

1. 変更年月日 1999年 4月 2日

[変更理由] 名称変更

住 所 東京都港区西新橋1丁目3番12号
氏 名 日石三菱株式会社